UNIVERSITÉ DE STRASBOURG
Faculté de Pharmacie

ANNÉE 1931-1932 N° 73

ETUDE COMPARATIVE
DES
# DIFFÉRENTES MÉTHODES D'EXTRACTION DES LIPIDES
Application au dosage
des matières grasses
dans quelques produits alimentaires

# THÈSE

**présentée**

**et soutenue publiquement le ... novembre 1931**

**à la**

FACULTE DE PHARMACIE
DE STRASBOURG

**pour obtenir**

le titre de Docteur de l'Université

**(mention Pharmacie)**

**par**

## Philippe ROBERT
**Pharmacien**

*Examinateurs de la Thèse :*

MM. LOBSTEIN - Prof. - Président
— JADIN — Juge
— LABORDE — Juge

1931

UNIVERSITÉ DE STRASBOURG
Faculté de Pharmacie

ANNÉE 1931-1932 N° 73

**Etude comparative**
**des**
**différentes méthodes d'extraction**
# DES LIPIDES
**Application au dosage des matières grasses**
**dans quelques produits alimentaires**

# THÈSE

**présentée**

**et soutenue publiquement le ..... novembre 1931**

**à la**

FACULTE DE PHARMACIE
DE STRASBOURG

**pour obtenir**

le titre de Docteur de l'Université

**(mention Pharmacie)**

**par**

Philippe ROBERT

**Pharmacien**

*Examinateurs de la Thèse :*

MM. LOBSTEIN - Prof. - Président
— JADIN — Juge
— LABORDE — Juge

UNIVERSITÉ DE STRASBOURG

# FACULTÉ DE PHARMACIE

## Administration

MM. JADIN, *Doyen*, O. ✲, I. ✪, ✪.
A. SARTORY, *Assesseur*, C. ✲, I. ✪, O. ✪.
CUVIER, *Secrétaire*.

## Professeurs

| | |
|---|---|
| MM. JADIN, O. ✲, I. ✪, ✪ | Pharmacie chimique. |
| A. SARTORY, C. ✲, I. ✪, O. ✪ | Bactériologie. |
| LAVIALLE, I. ✪, ✪ | Botanique. |
| LABORDE, ✲, I. ✪ | Chimie organique. |
| VOLMAR, I. ✪ | Analyse chimique. |
| LOBSTEIN, ✲, ⚗, I. ✪, ✪ | Matière médicale. |
| GUILLAUME, ✲, ⚗, ✪ | Pharmacie galénique. |

## Professeur honoraire

M. BRÆMER, ✲, I. ✪, O. ✪.

## Cours complémentaires

| | |
|---|---|
| MM. LABORDE, ✲, I. ✪ | Chimie biologique. |
| GUILLAUME, ✲, I. ✪ | Zoologie. |
| VOLMAR, I. ✪ | Chimie minérale. |
| LOBSTEIN, ✲, ⚗, I. ✪ | Hydrologie et Hygiène. |
| BRÆMER, ✲, I. ✪, O. ✪ | Législation et Déontologie. |
| LAPP, A. ✪ | Physique. |
| COLLARD, I. ✪, ⚗ | Toxicologie. |
| R. SARTORY | Cryptogamie. |

## Chefs de travaux pratiques

| | |
|---|---|
| MM. LAPP, A. ✪ | Chimie pharmaceutique. |
| COLLARD, I. ✪, ⚗ | Chimie et Physique. |
| BOHN | Histoire naturelle. |
| R. SARTORY | Bactériologie et Parasitologie. |

R. UNIV.
BIBLIOTHEEK
LEIDEN

*A ma Femme,*

*avec mon profond amour.*

*A mes chers Parents,*

*en signe de ma grande affection et vive reconnaissance.*

*A mes Professeurs et tout spécialement*
*aux membres de mon Jury.*

*A Monsieur A. Grandsire, pharmacien,*
*mon prédécesseur.*

*A mes nombreux amis.*

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41548008_0063

# AVANT-PROPOS

Ce travail a été exécuté dans le Laboratoire de Matière Médicale de la Faculté de Pharmacie de Strasbourg, sous la direction de Monsieur le Professeur LOBSTEIN, qui m'a donné le sujet si plein d'intérêt de ma thèse. Avec un inlassable dévouement il m'a guidé de ses précieux conseils dans l'accomplissement de mes travaux, qu'il a surveillés avec le plus de science et de conscience : qu'il me soit permis de lui adresser ici l'expression de mes remerciements les plus vifs.

Je remercie également bien vivement mes chers Maîtres, Monsieur le Professeur JADIN, Doyen de la Faculté de Pharmacie, et Monsieur le Professeur LABORDE de me faire le grand honneur d'être mes juges et je les prie de trouver ici l'expression de ma profonde reconnaissance.

Que mon camarade et ami Monsieur FLATTER, Assistant au Laboratoire de Matière Médicale, trouve également dans ces quelques lignes l'expression de mes remerciements pour l'aide précieux et complaisant qu'il n'a cessé de me prodiguer.

Enfin, avant de quitter la Faculté de Pharmacie de Strasbourg où j'ai passé six heureuses années de ma vie, j'adresse à tous mes Professeurs, en témoignage de ma profonde reconnaissance et de ma vive admiration, l'assurance de mon entier dévouement.

# ETUDE COMPARATIVE
DES
# DIFFERENTES METHODES D'EXTRACTION DES LIPIDES

## Application au dosage des matières grasses dans quelques produits alimentaires

## INTRODUCTION

Les procédés d'extraction des matières grasses totales ont fait l'objet, déjà, de nombreuses recherches. Pendant fort longtemps, la simple extraction dans l'appareil de Soxhlet, à l'aide des solvants organiques habituels des graisses (éther éthylique, éther de pétrole, benzine, etc...) a été la méthode classique de dosage des matières grasses. Actuellement encore, beaucoup d'analystes ont recours à ce procédé et considèrent l'extrait obtenu dans ces conditions comme représentant uniquement et en totalité les corps gras contenus dans la substance traitée. D'ailleurs les méthodes officielles de dosage des matières grasses dans les aliments utilisent souvent cette simple extraction. Or, il n'est rien moins que certain que le solvant employé dissolve exclusivement les matières grasses et, par contre, la totalité de celles-ci n'est pas à coup sûr extraite lors de l'épuisement dans l'appareil de Soxhlet au moyen des solvants précités.

INABA [1], en 1908, expérimentant sur le riz, l'orge, le blé, la pomme de terre, compara ce qu'enlève l'éther absolu dans l'appareil de SOXHET et ce qu'il laisse dans le résidu, et put démontrer que ce solvant, dans ces conditions, était loin d'extraire toute la graisse, la perte étant considérable, et pouvant atteindre dans le cas du blé 93 %. Malgré ces conclusions sévères, les méthodes officielles persistent à conserver cette simple méthode d'extraction, très rapide sans doute, mais par ailleurs si grossière.

MM. TERROINE [2], LOBSTEIN [3] et ses élèves, MM. KOVELMANN [4], COISNARD [5], MOUSSLI [6] et HESSE [7], ont récemment prouvé que la méthode la plus parfaite pour extraire, puis doser les lipides non seulement des tissus animaux, comme l'avaient mis en évidence les chimistes Japonais KUMAGAWA et SUTO [8], mais des micro-organismes, et, en général, des végétaux, ré-

---

(1) INARA. — Bioch. Zeits., 1908, VII p. 348-355.

(2). TERROINE (et ses élèves). *Annales de la Science Agronomique française et étrangère,* Juillet-Août 1926.

(3) LOBSTEIN. — *Recherches biochimiques sur le Bacille Tuberculeux.* (Thèse doctorat ès sciences. Strasbourg, 1922).

(4) KOWELMANN. — *Recherches toxicologiques et chimiques sur le «cnestis Polyphilla ».* (Thèse doct. Pharmacie. Strasbourg, 1929

(5) COISNARD. — *Recherches chimiques sur les fruits de l'Uvaria catocarpa* (Thèse doct. Pharmacie. Strasbourg 1929).

(6) MOUSSLI. — *Etude chimique du « Drosera rotundifolia ».* (Thèse doct. Pharmacie. Strasbourg 1930).

(7) HESSE P. — *Etude botanique, chimique et pharmacodynamique du « Toddalia aculeata ».* (Thèse doctorat Pharm. Strasbourg, 1930).

(8) KUMAGAWA et SUTO. — Bioch. Zeits. — 1908, VIII, p. 212.

sidait dans l'emploi de l'alcool bouillant au moyen de l'appareil imaginé précisément par KUMAGAWA et SUTO et en appliquant ensuite la technique indiquée par LEMELAND (9).

La supériorité de l'alcool sur les liquides considérés pourtant comme solvants spécifiques des graisses, s'explique par son imprégnation plus facile des tissus et la température (voisine de sa température d'ébullition) à laquelle il agit dans l'appareil de KUMAGAWA.

On peut se demander si, dans l'appareil de SOXHLET même, l'alcool n'est pas un meilleur solvant des matières grasses que l'éther éthylique, l'éther de pétrole, ou la benzine, et d'autre part de quel ordre de grandeur est la différence entre les résultats obtenus avec l'extrait alcoolique au SOXHLET et ceux donnés par l'extrait alcoolique au KUMAGAWA. C'est ce que nous nous sommes proposé de rechercher.

Cela établi, il nous a paru intéressant également d'appliquer ces méthodes d'extraction puis de dosage selon la technique de LEMELAND, à l'évaluation des matières grasses dans certaines substances alimentaires, telles que, chocolat, farine, lait, comparativement avec les méthodes officielles indiquées par le Service de la Répression des Fraudes (10).

---

(9) LEMELAND — *Bulletin Soc. Chimie biologique*, 1921. T. III. p. 134-169 et 1922 T. IV p. 300-321.

(10) VILLIERS, COLLIN et FAYOLLE. — *Traité des Falsifications et altérations des substances alimentaires*, 2e édit. Doin éditeur, Paris, 1911.

En d'autres termes,

1° comparer ce que peut extraire de corps gras (acides gras et insaponifiable) dans diverses graines, d'une part l'appareil de SOXHLET fonctionnant à l'alcool fort ou avec un solvant spécifique des graisses (éther de pétrole) et, d'autre part, l'appareil de KUMAGAWA à l'alcool bouillant;

2° appliquer ces méthodes d'extraction au dosage des matières grasses dans certaines substances alimentaires, et comparer les résultats obtenus à ceux donnés par les méthodes officielles;

3° voir, par la détermination de l'indice d'iode et du point de fusion si le bloc « acides gras » varie qualitativement selon le mode d'extraction,

tel est l'objet du présent travail.

# PREMIERE PARTIE

## Valeur comparée des diverses méthodes d'extraction des matières grasses

### A. — CHOIX DES MATERIAUX

Nous nous sommes adressé pour nos recherches à des produits végétaux assez différents et suffisamment riches en matières grasses : Nous avons choisi le *Marron d'Inde,* les graines de *Fenugrec,* de *Lin* et de *Ricin.*

Il importait que ces substances fussent aussi parfaitement que possible pulvérisées et desséchées et que la poudre obtenue fût très homogène, afin de se trouver dans les mêmes conditions de traitement pour l'une et l'autre extraction.

Les *Marrons d'Inde* ont été décortiqués, de façon à ne prendre que la partie interne débarrassée de toute trace de testa, puis broyés, pulvérisés, et finalement passés au tamis. Nous avons obtenu ainsi une farine blanche et homogène.

Les semences de *Fenugrec* ont été également, après broyage, finement pulvérisées au mortier et tamisées.

Pour les graines de *Ricin* nous avons rencontré une

certaine difficulté à obtenir un échantillon homogène : Nous avons opéré sur la graine entière, avec ses téguments, que nous avons très longuement broyée au mortier. Mais le produit obtenu, loin d'être finement pulvérisé, s'est présenté au contraire comme une masse pâteuse, collante et très grasse.

Quant au *Lin* nous avons utilisé la poudre de graine, telle qu'elle existe en pharmacie.

Au demeurant, comme il s'agissait de faire des essais comparatifs, ayant une valeur relative, l'essentiel était que les prises d'essai fussent comparables, et c'est à cela que nous nous sommes appliqué.

Tous ces produits, ainsi préparés, furent parfaitement desséchés, condition nécessaire pour que l'extraction par l'éther ou la benzine soit convenablement réalisée, ces solvants n'étant pas miscibles à l'eau et se frayant alors d'autant plus facilement des voies de passage au sein de la masse à épuiser sans imprégner, et par conséquent sans épuiser la matière.

Chaque substance pulvérisée a donc été desséchée une première fois à l'étuve à 45° pendant 48 heures, puis placée dans le vide sulfurique pendant 8 jours. Dans tous les cas, nous avons pris le plus grand soin à ce que tous les échantillons à traiter suivant les différentes méthodes aient subi les mêmes temps de dessiccation. Comme les poudres ainsi desséchées sont fortement hygroscopiques, nous les avons aussitôt enfermées dans de petits flacons soigneusement bouchés, afin de les conserver dans le même état de dessiccation pour chaque prise d'essai.

Tel a été le procédé de préparation des matériaux destinés à nos recherches.

## B. — EXTRAIT TOTAL

Pour chacune des substances en essai nous avons effectué trois sortes d'extraction :

1° l'une au Soxhlet avec l'éther de pétrole,
2° l'autre au Soxhlet avec l'alcool à 95°,
3° la troisième au Kumagawa avec l'alcool à 95°.

Nous rappellons que la différence entre l'appareil de Soxhlet et l'appareil de Kumagawa réside en le fait que pour l'appareil de Kumagawa la cartouche contenant la matière à épuiser se trouve au sein même de la vapeur du liquide d'épuisement, c'est-à-dire sensiblement à sa température d'ébullition. Dans les deux cas, l'épuisement se fait par les vapeurs condensées qui retombent sur la matière à épuiser, le siphonnage se produisant dès que la cartouche est submergée par le solvant.

Le chauffage a été effectué au bain de sable pour les extractions à l'alcool, et au bain-marie électrique pour les extractions à l'éther de pétrole.

La durée de l'extraction a été exactement de 8 heures consécutives pour chacune des méthodes. Il nous a paru intéressant de noter les températures qu'avaient les solvants dans l'extracteur. Un thermomètre placé au sein de la matière a marqué, pour l'extraction au Soxhlet avec l'éther de pétrole : 39°,5 au moment du siphonnage, et 40° après siphonnage; avec l'alcool, nous avons noté 58°,2 au moment du siphonnage, puis 75°,2, la cartouche étant alors vide de solvant, donc environnée des vapeurs d'alcool. Nous

avons dit plus haut que, dans le KUMAGAWA, l'épuisement se faisait sensiblement à la température d'ébullition de l'alcool à 95° employé comme solvant : nous avons en effet noté la température de 78° à 79°.

Nous avons opéré l'épuisement une première fois sur une prise d'essai de 10 gr., puis la seconde fois sur 3 à 5 gr., pesés très exactement et aussi rapidement que possible, afin d'éviter l'hydratation des produits. Au bout de 8 heures d'épuisement, les liquides contenant les principes extraits sont versés dans des ballons au préalable exactement tarés, et sont soumis à une distillation sous pression réduite, en dessous de 50°. Nous avons veillé à ne faire aucune dessiccation à des températures supérieures à 50°. Comme l'a signalé LEMELAND, l'action de la température de séchage est considérable pour l'insaponifiable total : les expériences ont permis de constater en effet que l'insaponifiable est, en tout ou en partie, composé de substances volatiles à des températures relativement basses, d'où la recommandation faite par cet auteur de ne jamais, dans l'application de sa technique, dépasser la température de 50°.

Les extraits obtenus, après distillation du solvant, ont été finalement desséchés dans le vide à l'étuve à 45°, jusqu'à poids constant.

L'aspect des extraits s'est montré différent selon le solvant employé et le mode d'extraction; d'une façon générale, les extraits à l'éther de pétrole étaient moins colorés que les extraits correspondants à l'alcool, les extraits alcooliques au KUMAGAWA étant eux-mêmes plus colorés que les extraits alcooliques au SOXHLET. L'extrait de *Marron* à l'éther de pétrole

s'est présenté sous la forme d'un produit visqueux jaune-brunâtre, alors que l'extrait alcoolique était presque solide et brun. Avec le *Ricin*, obtention par l'éther de pétrole d'un extrait huileux jaunâtre, transparent, assez mobile, tandis que l'extrait alcoolique était visqueux, trouble et brun-rougeâtre. Mêmes différences d'aspect pour le *Fenugrec* et le *Lin*.

Les résultats des pesées sont rassemblés dans le Tableau I.

## TABLEAU I

Poids comparés des extraits totaux obtenus par l'alcool dans les appareils de *Kumagawa* et de *Soxhlet*, et par l'éther de pétrole dans l'appareil de *Soxhlet*.

| Substances traitées | **Kumagawa** (alcool) | | | **Soxhlet** (alcool) | | | **Soxhlet** (éther de pétrole) | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Prise d'essai | Poids (1) d'extrait | Moyennes | Prise d'essai | Poids (1) d'extrait | Moyennes | Prise d'essai | Poids (1) d'extrait | Moyennes |
| Marron d'Inde | 10 gr.<br>3<br>3,08 | »<br>40,43<br>42,21 | **41,320** | 10 gr.<br>3 | 38,46<br>38,23 | **38,345** | 10 gr.<br>3 | 7,88<br>7,26 | **7,570** |
| Graines de Fenugrec | 10<br>3<br>3 | 28,99<br>27,60<br>27,59 | **28,060** | 10<br>3,02 | 23,55<br>22,55 | **23,050** | 10<br>3<br>6 | 5,38<br>5,60<br>5,37 | **5,45** |
| Graines de Lin | 5<br>5 | 34,14<br>33,92 | **34,030** | 5<br>5 | 34,14<br>33,90 | **34,020** | 5<br>5 | 24,42<br>24,41 | **24,416** |
| Graines de Ricin | 10<br>3,08<br>3,03 | 51,33<br>50,84<br>51,86 | **51,343** | 10<br>3,10 | 52,03<br>55,35 | **53,690** | 10<br>3,02 | 36,13<br>44,06 | **40,095** |

(1) Les poids d'extraits totaux sont exprimés en grammes et pour 100 gr. de matière traitée.

Comme on pouvait s'y attendre, le poids de l'extrait éthéré, dans tous les cas, est nettement inférieur à celui de l'extrait alcoolique (l'écart atteignant 82 % avec le MARRON), car, indépendamment des matières grasses, maintes substances sont solubles dans l'alcool et que l'éther de pétrole ne dissout pas. D'autre part les poids des extraits alcooliques obtenus au SOXHLET sont généralement inférieurs à ceux fournis par l'appareil de KUMAGAWA, mais la différence se montre très inégale selon la substance traitée : elle est négligeable avec le *Lin*, atteint 8 % avec le *Marron* et 22 % avec le *Fenugrec*; au contraire avec le *Ricin* un léger avantage reste au SOXHLET (4 % en excès).

## C. — ACIDE GRAS ET INSAPONIFIABLE

Ce qui nous intéresse, c'est la somme « acides gras + insaponifiable » contenue dans les extraits totaux bruts précédemment obtenus. Les acides gras et l'insaponifiable ont été séparés puis dosés selon la méthode de KUMAGAWA, modifiée par LEMELAND.

Cette méthode comporte 3 temps distincts :

1° Saponification,
2° Séparation de l'insaponifiable total,
3° Séparation des acides gras totaux.

Nous en rappellerons rapidement la technique :

## 1° SAPONIFICATION

Dans un ballon contenant l'extrait total desséché et pesé, on verse de la potasse alcoolique 2 fois normale : 25 ou 50 cc., suivant le poids de l'extrait. On adapte un réfrigérant à reflux, et on chauffe au bain de sable pendant 2 heures. Puis on ajoute 25 ou 50 cc. d'eau distillée, et on chauffe encore pendant 1/4 d'heure. Cette addition d'eau abaisse le titre de l'alcool à 50° environ. On laisse refroidir. La clarification doit être complète.

## 2° EXTRACTON ET DOSAGE DE L'INSAPONIFIABLE

La saponification étant effectuée (on vérifie l'alcalinité du milieu pour se rendre compte qu'il y a excès de K O H, et par suite que la saponification est complète), la solution alcaline alcoolique est mise dans une ampoule à décantation de 500 cc. Le ballon est soigneusement rinçé avec de l'alcool à 50°. La solution est alors agitée à 3 reprises différentes avec de l'éther de pétrole à point d'ébullition compris entre 50° et 70°, en utilisant successivement 80, 70, puis 50 cc. de solvant. Après chacune de ces agitations, on laisse reposer de façon à assurer une parfaite séparation des liquides, et on recueille chaque fois l'éther dans une même ampoule contenant 100 cc. d'eau distillée. Cet éther a dissous l'insaponifiable. D'autre part, la portion alcoolique est réservée pour en extraire ultérieurement les acides gras. La portion

éthérée recueillie dans l'ampoule contenant 100 cc. d'eau est agitée avec celle-ci, qui s'empare des acides gras ayant pu passer avec l'éther de pétrole. On laisse la séparation complète se faire, puis on soutire l'eau qui est ajoutée à la portion alcoolique.

La solution éthérée, mise dans un ballon, est évaporée à sec par distillation sous pression réduite (en dessous de 50°). On parfait la dessiccation et élimine toute trace d'eau en portant le ballon dans un B.-M. à 50° pendant 3 à 4 minutes et en s'aidant du vide (le ballon est fermé avec un bouchon muni d'un tube de verre que l'on adapte à la trompe). On reprend par 10 cc. d'éther de pétrole, distillant en dessous de 50°, le résidu formé de l'insaponifiable et de quelques impuretés; on laisse au repos pendant 4 heures : les impuretés se déposent. On filtre alors sur amiante-sable et recueille le filtrat dans un petit ballon taré. On rince le premier ballon avec 2 à 3 cc. d'éther de pétrole que l'on filtre de même (en recevant une goutte du filtrat sur un morceau de papier-filtre, on s'assure par l'absence de tache que le liquide filtrant en dernier lieu ne contient plus de matière grasse). Après évaporation à sec du filtrat sous pression réduite, on place le ballon dans le vide jusqu'à poids constant. Par différence avec le poids-tare, on a le poids de l'insaponifiable total.

### 3° EXTRACTION ET DOSAGE DES ACIDES GRAS

La solution alcoolique alcaline, qui a été réservée, est placée dans une ampoule à décantation et rendue

très nettement acide par addition d'acide chlorhydrique concentré (vérifier l'acidité au papier tournesol). Les acides gras ainsi libérés, se trouvant dans une solution alcoolique dont le titre a été abaissé par l'acide et l'eau à 25° environ, passent facilement dans l'éther de pétrole bouillant entre 50° et 70°, à l'aide duquel on fait 3 épuisements successifs, comme pour l'extraction de l'insaponifiable. Les extraits éthérés, recueillis dans une ampoule, sont lavés à l'eau, pour éliminer toute trace d'acide chlorhydrique, puis sont évaporés à sec sous pression réduite, comme il a été fait pour l'insaponifiable; l'extrait est repris de même par de l'éther de pétrole qu'on filtre et évapore comme précédemment pour aboutir finalement à la pesée des acides gras.

NOTA. — Nous avons rencontré quelques difficultés pour l'extraction des acides gras lors du traitement de l'extrait alcoolique de *Marron d'Inde*. En effet, au moment où nous ajoutions à la solution alcaline alcoolique l'acide chlorhydrique destiné à libérer les acides gras, il se formait un fort précipité blanc-sale, rendu plus volumineux encore par l'addition de l'éther de pétrole le tenant en suspension, ce qui nous gênait pour la séparation. Nous avons remarqué que cette sorte de coagulum était soluble à froid dans l'alcool à 95°. Cette masse gélatineuse ne s'est pas produite pour l'extrait obtenu au Soxhlet avec l'éther de pétrole. Nous avons pensé qu'il s'agissait de la saponine contenue dans le *Marron* (11).

(11) Huitric. — *Contribution à l'étude du Marron d'Inde.* (Bulletin Soc. Pharm. Bordeaux. 1926, page 184).

La saponine est en effet soluble dans l'alcool à 95°, mais insoluble dans l'éther de pétrole. Si nous étions en présence d'une saponine, le traitement par l'eau et l'acide chlorhydrique l'hydrolysait (12).

Quoi qu'il en soit, nous avons dû faire intervenir pour le *Marron* épuisé à l'alcool une petite modification à la méthode de KUMAGAWA-LEMELAND, à savoir filtrer sur amiante-sable la partie éther de pétrole + masse gélatineuse, pour séparer cette masse. Nous l'avons soigneusement lavée à l'éther de pétrole sur le filtre. Nous avons ensuite continué la technique normalement.

Nous avons remarqué également, dans certains cas, une différence d'aspect des acides gras selon le solvant employé pour l'extraction. C'est ainsi que, pour le *Fenugrec,* nous avions des acides gras de couleur jaune-pâle par l'extraction à l'alcool, et blanchâtre par l'extraction à l'éther de pétrole. Pour le *Ricin,* les acides gras extraits par l'alcool étaient constitués par une huile jaune-orangé, alors que ceux extraits par l'éther de pétrole formaient une huile jaune-clair.

Les résultats des pesées sont rassemblés dans le Tableau II.

---

(12) L. ROSENTHALER. — *Der Nachweis organischer Verbindungen Ausgewalde Reacktionen und Verfahren.* (Année 1923, p. 808, Ferdinand Encke, Stuttgart, éditeur.

## TABLEAU II

Poids comparés d'insaponifiable et d'acides gras obtenus par l'alcool dans les appareils de *Kumagawa* et de *Soxhlet*, et par l'éther de pétrole dans l'appareil de *Soxhlet*.

| Substances traitées | **Kumagawa** (alcool) | | | **Soxhlet** (alcool) | | | **Soxhlet** (éther de pétrole) | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Prise d'essai | Insapo-nifiable | Acides gras | Prise d'essai | Insapo-nifiable | Acides gras | Prise d'essai | Insapo-nifiable | Acides gras |
| Marron | 10 gr. | 0,25 | 6,60 | 10 gr. | 0,25 | 6,13 | 10 gr. | 0,24 | 5,65 |
| | 3,08 | 0,84 | 6,25 | 3 | 0,83 | 6,20 | 3 | 0,83 | 5,26 |
| Moyennes .... | ..... | **0,545** | **6,425** | ..... | **0,540** | **6,190** | ..... | 0,535 | **5,455** |
| Fenugrec | 10 | 0,71 | 6,42 | 10 | 0,72 | 5,98 | 6 | 0,30 | 3,41 |
| | 3 | 0,75 | 6,80 | 3,02 | 0,76 | 6,31 | 3 | 0,46 | 4,24 |
| | 3 | 0,76 | 6,73 | | | | | | |
| Moyennes .... | ..... | **0,740** | **6,630** | ..... | **0,740** | **6,145** | ..... | **0,380** | **3,825** |
| Lin | 5 | 0,392 | 23,71 | 5 | 0,47 | 22,84 | 5 | 0,362 | 21,13 |
| | 5 | 0,422 | 23,42 | 5 | 0,47 | 23,14 | 5 | 0,377 | 22,32 |
| Moyennes .... | ..... | **0,407** | **23,565** | ..... | **0,470** | **22,990** | ..... | **0,369** | **21,725** |
| Ricin | 10 | 0,27 | 32,66 | 10 | 0,27 | 30,87 | 10 | 0,245 | 26,35 |
| | 3,08 | 0,45 | 39,05 | 3,01 | 0,45 | 36,82 | 3,02 | 0,330 | 28,08 |
| | 3,03 | 0,395 | 38,52 | | | | | | |
| Moyennes .... | ..... | **0,371** | **36,742** | ..... | **0,360** | 33,85 | ..... | **0,287** | **27,215** |

Les poids d'insaponifiable et d'acides gras sont exprimés en grammes et pour 100 gr. de matière traitée.

Ces résultats nous montrent qu'il peut y avoir peu d'écart entre le taux des acides gras extraits à l'alcool d'une part dans l'appareil de Kumagawa et d'autre part dans l'appareil de Soxhlet : nous constatons néanmoins que l'appareil de Kumagawa fournit dans tous les cas la valeur la plus élevée. Mais, en ce qui concerne l'insaponifiable, l'avantage n'est pas toujours, semble-t-il, en faveur de l'appareil de Kumagawa : nous remarquons en effet pour le *Lin* un taux d'insaponifiable plus élevé avec l'appareil de Soxhlet; pour le *Marron* et le *Fenugrec*, ce taux est sensiblement semblable avec l'un et l'autre appareil.

Nous voyons par contre que l'éther de pétrole dans l'appareil de Soxhlet non seulement extrait moins de matières grasses que l'alcool dans l'appareil de Kumagawa — ce que les travaux antérieurs précédemment cités avaient déjà mis en évidence, — mais encore il en extrait moins que l'alcool dans ce même appareil Soxhlet.

Le Tableau III indique les proportions non extraites par l'une et l'autre méthode, les valeurs obtenues à la suite de l'extraction alcolique dans l'appareil de Kumagawa étant prises comme types.

## TABLEAU III

Proportions d'insaponifiable et d'acides gras non extraits par l'alcool et l'éther de pétrole dans l'appareil *Soxhlet*, comparativement aux valeurs obtenues avec l'appareil de *Kumagawa*.

| Substances traitées | Extraction par : | | | | | | Proportion non extraite dans l'appareil Soxhlet en % | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Alcool **Kumagawa** | | Alcool **Soxhlet** | | Ether de pétrole **Soxhlet** | | avec l'alcool | | avec l'éther de pétrole | |
| | Insaponifiable | Acides gras | Insaponifiable | Acides gras | Insaponifiable | Acides gras | Insaponifiable | Acides gras | Insaponifiable | Acides gras |
| Marron | 0,545 | 6,425 | 0,540 | 6,190 | 0,535 | 5,455 | 0,917 | 3,65 | 1,83 | 15,09 |
| Fenugrec | 0,407 | 6,630 | 0,740 | 6,145 | 0,380 | 3,825 | » | 7,23 | 47,02 | 42,30 |
| Lin | 0,740 | 23,565 | 0,470 | 22,990 | 0,369 | 21,725 | + 15,47 (1) | 2,44 | 9,33 | 3,52 |
| Ricin | 0,371 | 36,742 | 0,360 | 33,85 | 0,287 | 27,215 | 2,965 | 7,87 | 22,64 | 25,92 |

(1) Le taux d'insaponifiable extrait par l'alcool dans l'appareil de Soxhlet est supérieur à celui obtenu avec l'appareil de Kumagawa.

On voit que la perte en acides gras et en insaponifiable, par l'extraction classique à l'éther de pétrole dans l'appareil de SOXHLET peut être considérable, atteignant respectivement 42,30 et 47 % avec les semences de *Fenugrec.*

On voit d'autre part que la perte en acides gras par épuisement à l'alcool dans l'appareil de SOXHLET est loin d'être aussi élevée, l'écart le plus grand étant donné par les graines de *Ricin,* soit 7,8 %. Pour certains produits, tel la graine de *Lin,* l'alcool à la température de 58° (appareil de SOXHLET) paraît extraire plus d'insaponifiable qu'à 79° (appareil de KUMAGAWA).

Pour faire une comparaison plus exacte entre, d'une part l'extrait obtenu avec l'éther de pétrole dans l'appareil de SOXHLET et qui est censé représenter le total des lipides (graisses + insaponifiable), et d'autre part ce que l'alcool dans le même appareil et dans l'appareil de KUMAGAWA enlève de matières grasses, il convient de transformer en graisses neutres les acides gras trouvés dans ces deux dernières méthodes, puis d'ajouter aux valeurs ainsi obtenues les chiffres correspondants de l'insaponifiable. Le poids des acides gras est transformé en poids de graisses neutres en le multipliant par le coefficient 1,046 indiqué par KUMAGAWA. Les résultats de ces calculs sont consignés dans le Tableau IV.

## TABLEAU IV

Valeur de la méthode d'extraction simple par l'éther de pétrole dans l'appareil de Soxhlet. — Grandeur des erreurs comparativement avec les résultats donnés par la méthode de saponification après extraction alcoolique dans les appareils de Kumagawa ou de Soxhlet.

| Substances traitées | Extrait total brut avec éther de pétrole (Soxhlet) | Graisses dosées par saponification (acides gras × 1,046) | | Insaponifiable dosé | | Somme graisses + insaponifiable | | Erreur commise en considérant l'extrait éthéré comme la somme graisses + insaponifiable en % | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Kumagawa | Soxhlet | Kumagawa | Soxhlet | Kumagawa | Soxhlet | Kumagawa | Soxhlet |
| Marron | 7,57 | 6,720 | 6,474 | 0,545 | 0,540 | 7,265 | 7,014 | + 4 | + 7,9 |
| Fenugrec | 5,45 | 6,934 | 6,427 | 0,740 | 0,740 | 7,674 | 7,167 | — 40,8 | — 31,5 |
| Lin | 24,416 | 24,648 | 24,047 | 0,407 | 0,470 | 25,055 | 24,517 | — 2,6 | — 0,4 |
| Ricin | 40,095 | 38,432 | 35,407 | 0,371 | 0,360 | 38,803 | 35,767 | + 3,3 | + 12,1 |

Ces résultats montrent que, dans le fait de considérer l'extrait éthéré au SOXHLET comme représentant le total des lipides, l'erreur commise par défaut (l'éther n'enlevant pas toutes les matières grasses) n'est même pas toujours compensée par l'erreur commise par excès (l'éther entraînant d'autres substances) : avec les graines de *Lin,* qui sont riches en graisses, l'erreur en moins n'est que de 2,6 %; mais avec les graines de *Fenugrec* qui sont relativement pauvres en matières grasses, l'écart en moins atteint 41 %. C'est une constatation de même ordre que M. TERROINE et ses élèves avaient faite avec les graines et la farine de *Maïs,* les tourteaux d'*Arachides,* le *Foin,* et également les graines de *Lin.* Mais il peut y avoir pour certaines substances épuisées par l'éther de pétrole, un entraînement de matières non grasses tel que l'extrait éthéré total arrive à dépasser un peu la somme graisses + insaponifiable obtenue par la méthode de KUMAGAWA : ainsi, avec le *Marron,* l'écart en plus est de 4 %; il est de 3,3 % avec les graines de *Ricin,* ce qui confirme les remarques antérieures de M. LOBSTEIN et de ses élèves.

## D. — INDICES D'IODE ET POINTS DE FUSION

Nous avons déterminé l'indice d'iode et le point de fusion des acides gras obtenus afin de voir s'il y avait des différences de qualité suivant le mode d'extraction et le solvant employé.

## 1) INDICE D'IODE — TECHNIQUE

L'indice d'iode est la quantité d'iode évaluée en grammes nécessaire pour saturer les doubles liaisons de 100 gr. de matières grasses.

Principe : On met la matière grasse en présence d'un excès d'iode pendant deux heures; on dose ensuite l'excès par une liqueur déci-normale d'hyposulfite de soude :

$$R - CH : CH - COOH + I^2 = R - CHI - CHI - COOH$$

Nous nous sommes adressé à la technique de Wijs. Dans un flacon de 500 cc., bouchant à l'émeri, on met un poids *p* d'acides gras variant de 0,100 à 0,150 gr. *p* est très exactement pesé dans une petite nacelle tarée au préalable. On ajoute 10 cc. de tetrachlorure de carbone (ou de chloroforme) tiédi qui dissolvent la matière grasse contenue dans la nacelle. On agite jusqu'à complète dissolution. Puis on ajoute 20 cc. de solution de Wijs ([13]). On bouche. On laisse 2 heures à l'obscurité.

---

(13) Préparation de la solution de Wijs.

On pèse rapidement 9 gr. 4 de trichlorure d'iode ($I^2$ $Cl^6$) que l'on met aussitôt dans une fiole cônique munie d'un bouchon dans lequel passe un tube effilé. On ajoute 200 cc. d'acide acétique glacial qui dissout le trichlorure d'iode. On aide la dissolution en portant au B.-M. tiède. D'autre part, on pèse 7 gr. 2 d'iode bisublimé, que l'on dissout dans de l'acide acétique glacial, également dans une fiole cônique munie d'un bouchon pourvu d'un tube effilé. L'iode se dissout lentement. On aide la dissolution au B.-M. tiède en décantant fréquemment et reprenant l'iode restant par une nouvelle quantité d'acide acétique. Quand les solutions sont obtenues, on les mélange et complète à 1.000 cc. avec de l'acide acétique.

D'autre part, et en même temps, dans un flacon semblable, on met les mêmes quantités de tétrachlorure de carbone (ou de chloroforme) et de solution de Wijs, mais sans matières grasses. Ce flacon servira de témoin. On bouche, et met également à l'obscurité.

Au bout de 2 heures, on ajoute dans chacun des deux flacons 20 cc. de solution aqueuse d'iodure de potassium à 10 %. On agite fortement pendant 2 minutes, afin de libérer l'iode retenu par le tetrachlorure de carbone (ou le chloroforme). On titre ensuite avec la solution d'hyposulfite N/10. Un peu avant la décoloration, au moment où la solution devient jaune-pâle, on ajoute de l'empois d'amidon pour mieux voir le terme de la réaction. La solution, colorée alors en bleu-foncé, se décolore au moment précis du virage.

Soit V cc. $S^2O^3Na^2$ N/10 dans vase 1 (avec mat. grasses)

Soit V' cc $S^2O^3Na^2$ N/10 dans vase 2 (témoin).

Nous avons : V'- V = quantité d'iode fixée par la matière grasse. Comme 1 cc. $S^2O^3Na^2$ correspond à 0 gr. 0127 d'iode,

$$\frac{(V'-V) \times 0{,}0127 \times 100}{p}$$

donne l'indice d'iode cherché.

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le Tableau V.

## 2) POINTS DE FUSION — TECHNIQUE

Nous n'avons pris que les points de fusion des acides gras solides à la température ordinaire. Après les avoir fait fondre au B.-M. aux environs de 50°, nous les avons introduits par aspiration dans de petits tubes capillaires de 1 cm. de long. Ces tubes ont été ensuite fermés à une extrémité, puis immergés dans de l'eau froide (ce qui amène, par refroidissement brusque, la prise en masse de la matière grasse), et enfin abandonnés 3 jours à l'obscurité; le point de fusion est alors déterminé en adaptant chaque tube contre le réservoir d'un thermomètre de précision qui est ensuite maintenu dans de l'eau que l'on chauffe lentement.

Les résultats obtenus sont également rassemblés dans le Tableau V.

La Tableau V nous montre que les « totum d'acides gras » obtenus par les divers procédés d'extraction ne sont pas toujours identiques : ils peuvent varier non pas seulement au point de vue quantitatif comme on l'a vu précédemment, mais aussi au point de vue qualitatif.

En ce qui concerne l'état de saturation, les écarts entre les indices d'iode des acides gras extraits par l'alcool d'une part dans l'appareil de Kumagawa et d'autre part dans l'appareil Soxhlet sont négligeables ou du moins d'un ordre de grandeur ($< 3$) qui ne dépasse pas de beaucoup celui obtenu parfois entre

## TABLEAU V

Comparaison des Indices d'iode et Points de fusion des acides gras obtenus à l'appareil de *Kumagawa* par l'alcool, et à l'appareil de *Soxhlet* par l'alcool et l'éther de pétrole.

| Substances traitées | Extraction par : alcool appareil de Kumagawa | | alcool appareil de Soxhlet | | éther de pétrole appareil de Soxhlet | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | Indice d'iode | Point de fusion | Indice d'iode | Point de fusion | Indice d'iode | Point de fusion |
| Marron | 81,07<br>80 | *acides gras liquides* | 84,18<br>82,69 | *acides gras liquides* | 75,04<br>76,22 | *acides gras liquides* |
| Moyennes ..... | **80,50** | | **83,43** | | **75,63** | |
| Fenugrec | 71,49<br>69,20 | 27°,2<br>27°,4 | 77,20<br>78,49 | 27°,2<br>27°,2 | 39,38<br>39,59 | 34°<br>34°,6 |
| Moyennes ..... | **70,34** | **27°,3** | 77,84 | **27°,2** | **39,48** | **34°,3** |
| Lin | 96,79<br>96,62 | 26°,8<br>26°,8 | 96,59<br>94,62 | 26°,2<br>26°,4 | »<br>90,48 | 26°,2<br>» |
| Moyennes ..... | **96,70** | **26°,8** | **95,60** | **26°,3** | **90,48** | **26°,2** |
| Ricin | 85,60<br>87,06 | *acides gras liquides* | 85,23<br>86,85 | *acides gras liquides* | 83,14<br>81,92 | *acides gras liquides* |
| Moyennes ..... | **86,33** | | **86,04** | | **82,53** | |

deux déterminations faites dans un même totum d'acides gras, — sauf toutefois pour le *Fenugrec* où l'indice d'iode des acides gras extraits au SOXHLET est supérieur de 7 grs à celui des acides gras extraits au KUMAGAWA.

Mais l'écart est plus accusé entre les indices des acides gras provenant de l'extrait éthéré et ceux des acides gras provenant de l'extraction alcoolique : l'écart le plus faible est 4 (*Ricin*) et il atteint 30 avec le *Fenugrec*. (C'est d'ailleurs avec le *Fenugrec* que la quantité d'acides gras non extraite par l'éther de pétrole est la plus considérable).

En ce qui concerne les points de fusion, la seule différence notable se constate, ici encore, avec les acides gras du *Fenugrec* extraits au moyens de l'éther de pétrole : leur point de fusion est de 7° plus élevé que celui des acides gras obtenus par extraction alcoolique.

Outre ces différences nous en avons noté d'autres quant à l'aspect et la couleur. Il n'y a donc pas toujours pleinement similitude entre les acides gras extraits suivant les trois modes étudiés.

# DEUXIÈME PARTIE

***Essais sur quelques produits alimentaires et comparaison des méthodes étudiées avec les méthodes officielles appliquées à ces produits***

Nous nous sommes adressé, pour cette étude, au *Chocolat,* à la *Farine* de froment et au *Lait.* Pour chacun de ces produits, il existe une méthode officielle de dosage des matières grasses, et il nous a paru intéressant de comparer ces méthodes officielles avec celles étudiées dans la première partie de notre travail. Nous avons chaque fois dosé l'extrait total, les acides gras et l'insaponifiable, et avons déterminé également les indices d'iode et points de fusion, sauf ceux des acides gras de la farine, lesquels se trouvaient en trop faible quantité pour permettre ces déterminations.

## A. — CHOCOLAT

Nous avons opéré sur 2 échantillons commerciaux ordinaires de *chocolat* sans lait (*chocolat* S. et *chocolat* M.) Nous avons pris des précautions particulières pour la dessiccation : chaque échantillon a été rapé, puis passé au tamis, ce qui nous a donné une

poudre fine que nous avons desséchée dans le vide sulfurique pendant 8 jours (la dessiccation ne peut en effet s'effectuer à l'étuve, le *chocolat* devenant pâteux déjà à la température de 35°). A la fin de ce temps, nous avons enfermé la poudre déshydratée dans des tubes à essais bien secs soigneusement bouchés. Un tube, une fois ouvert, ne servait que pour une seule pesée. De cette façon, nous pensons nous être mis dans les mêmes conditions de prélèvement pour les prises d'essais. Aussitôt après la pesée, l'extraction de la matière grasse était effectuée.

Nous avons fait 4 sortes d'extraction :

1° par la benzine à froid (méthode officielle),
2° — à chaud dans un appareil Soxhlet,
3° par l'alcool à chaud — —
4° — — dans un appareil Kumagawa.

## METHODE OFFICIELLE

Il existe deux procédés officiels de dosage des matières grasses dans le *chocolat :* un procédé par centrifugation et un procédé sans centrifugation. C'est ce dernier procédé que nous avons employé. En voici la technique :

3 grammes de *chocolat* pulvérisé sont placés dans un petit mortier de verre, et triturés avec 10 cc. de benzine. Après 5 minutes de contact, on décante le liquide sur un entonnoir garni d'un filtre plat, arrivant à 1 cm. du bord, et disposé au dessus d'un récipient taré. On répète cette opération 5 fois avant d'entrainer la totalité du précipité sur le filtre. On lave encore 5 fois sur le filtre, de 5 en 5 minutes, en em-

ployant chaque fois 10 cc. de benzine, et en ayant soin de recouvrir l'entonnoir avec un disque de verre entre chaque lavage.

On reprend le récipient taré, chasse le solvant, et pèse lorsque toute odeur de benzine a disparu. Le poids obtenu est rapporté en 100 grammes de *chocolat*.

Telle est la technique officielle employée.

Pour chacun des 4 modes d'extraction indiqués, nous avons, avec le *chocolat* S, fait 2 séries d'expériences en employant chaque fois 3 grammes de *chocolat*, comme il est prescrit dans la méthode officielle. Dans une première série d'expériences, pour les extractions à chaud, nous avons prolongé l'épuisement pendant 8 heures, et dans une deuxième série pendant 4 heures seulement. Les acides gras et l'insaponifiable ont été extraits selon la technique de Lemeland énoncée précédemment, et, pour éviter toute invasion de moisissures, nous avons dû opérer de suite le traitement de l'extrait.

Notons que la méthode officielle est très laconique sur le mode de dessiccation. L'extrait que l'on doit peser et dont le poids représente les matières grasses du *chocolat* est desséché suivant les instructions suivantes : « on chasse le solvant et on pèse lorsque toute odeur de benzine a disparu ». Nous avons chassé le solvant par distillation sous pression réduite pour ne pas dépasser la température de 50°, et avons desséché ensuite à l'étuve à 45°.

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le Tableau VI.

Les Points de fusion et Indices d'iode des acides gras ont été rassemblés dans le Tableau VII.

## TABLEAU VI

Poids d'extraits totaux, d'acides gras et d'insaponifiable retirés du CHOCOLAT par la benzine dans la Méthode Officielle et dans l'appareil de *Soxhlet*, et par l'alcool dans les appareils de *Kumagawa* et de *Soxhlet*.

| Echantillons | Extraction par la benzine à froid (méthode officielle) | | | Durée de l'épuisement | Extraction par la benzine au Soxhlet | | | Extraction par l'alcool | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | | | au Kumugawa | | | au Soxhlet | | |
| | Extrait | Acides gras | Insaponifiable | | Extrait | Acides gras | Insaponifiable | Extrait | Acides gras | Insaponifiable | Extrait | Acides gras | Insaponifiable |
| Chocolat S | 26,423<br>24,730 | 23,597<br>23,509 | 0,352<br>0,349 | 4 heures | 27,672 | 23,532 | 0,625 | 87,081 | 23,792 | 0,386 | 69,509 | 23,487 | 0,319 |
| | | | | 8 heures | 28,466<br>28,390 | 24,310<br>24,272 | 1,111<br>1,003 | 87,515 | 23,816 | 0,553 | 69,928 | 23,602 | 0,526 |
| Moy. | **25,576** | **23,553** | **0,350** | Moy.... | **28,428** | **24,291** | **1,057** | | | | | | |
| Chocolat M | 20,150 | 18,402 | 0,299 | 8 heures | 22,16<br>21,98 | 18,49<br>18,44 | »<br>0,422 | 87,020 | 18,990 | 0,388 | 69,61 | 18,475 | 0,358 |
| | | | | Moy.... | **22,07** | **18,465** | **0,422** | | | | | | |

Les poids d'extraits, d'acides gras et d'insaponifiable sont exprimés en grammes et pour 100 grammes de chocolat sec.

## TABLEAU VII

Indices d'iode et points de fusion des acides gras retirés du CHOCOLAT par la benzine dans la Méthode officielle et dans l'appareil de *Soxhlet*, et par l'alcool dans les appareils de *Kumagawa* et de *Soxhlet*.

| Echantillons | Extraction par la benzine à froid (Méthode officielle) | | Durée de l'épuisement | Extraction par la benzine au Soxhlet | | Extraction par l'alcool | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | au **Kumagawa** | | au **Soxhlet** | |
| | Indice d'iode | Point de fusion | | Indice d'iode | Point de fusion | Indice d'iode | Point de fusion | Indice d'iode | Point de fusion |
| Chocolat S | 33,75 | 50°,8 | 4 heures | 33,75 | 49°,8 | 33,62 | 50°,2 | 33,48 | 50°,8 |
| | 33,72 | 50°,2 | 8 heures | 35,15 | 49°,8 | | | | |
| | | | | 33,79 | 49°,8 | | | | |
| Moy.... | **33,73** | **50 ,5** | Moy.... | **34,47** | **49°,8** | 31,50 | 49°,8 | 30,72 | 50°,8 |
| Chocolat M | 39,20 | 51°,02 | 8 heures | 37,27 | 50°,8 | 41,10 | 49°,9 | 42,0 | 50°,2 |
| | | | | 38,37 | 50°,8 | | | | |
| | | | Moy.... | **37,77** | **50°,8** | | | | |

On voit tout d'abord que le poids des extraits alcooliques est 3 à 4 fois plus élevé que celui des extraits benzèniques. L'alcool en effet dissout des sucres qui sont insolubles dans la benzine. D'ailleurs, les extraits benzèniques sont blanc-jaunâtre tandis que les extraits alcooliques sont d'un brun-rougeâtre.

On voit aussi, d'après les essais faits avec le *chocolat* S., que l'épuisement n'est pas complet au bout de 4 heures, surtout en ce qui concerne l'insaponifiable, et quel que soit le solvant employé. En le prolongeant pendant 8 heures, les taux des acides gras et de l'insaponifiable sont augmentés dans les proportions respectives :

de 7,47 % et de 69,13 % avec la benzine;
de 4,89 % et de 64,88 % avec l'alcool au Soxhlet;
de 0,52 % et de 43,27 % avec l'alcool au Kumagawa.

Il importe donc que l'épuisement soit prolongé 8 heures.

Le poids des acides gras est sensiblement le même, que l'extraction ait été faite par la benzine à froid (méthode officielle), par la benzine dans l'appareil Soxhlet, ou par l'alcool. Toutefois, dans tous les cas, le poids minimum est donné par la méthode officielle, le poids maximum étant obtenu tantôt par l'extraction alcoolique au Kumagawa (*chocolat* M.; écart entre le poids minimum et le poids maximum : 3,19 %) tantôt par l'extraction benzénique au Soxhlet (*chocolat* S.; écart entre le poids minimum et le poids maximum : 3,13 %). Le poids d'acides gras obtenu par l'alcool au Soxhlet est toujours intermédiaire entre celui donné par la méthode d'extraction offi-

cielle et celui donné par l'appareil de KUMAGAWA. Quant à l'insaponifiable, c'est également la méthode d'extraction officielle qui en donne le poids le plus faible, le poids le plus élevé étant, et de beaucoup, obtenu par l'extraction benzénique au SOXHLET.

Si l'on prend ce dernier comme base, les proportions d'insaponifiable non enlevé par les autres méthodes d'extraction sont les suivantes :

| | Chocolat S. | Chocolat M. |
|---|---|---|
| avec la méthode officielle (benzine à froid)..... | 66,98 % | 29,14 % |
| avec l'alcool au SOXHLET.... | 50,19 % | 15,16 % |
| avec l'alcool au KUMAGAWA... | 47,68 % | 8,05 % |

D'autre part, l'extraction alcoolique au SOXHLET laisse, par rapport à l'extraction alcoolique au KUMAGAWA, une proportion d'insaponifiable de l'ordre de 5 (*chocolat* S.) à 8 (*chocolat* M.) p. 100.

Mais au total, avec les échantillons de *chocolat* qui ont servi à nos recherches, l'extrait brut obtenu par la méthode officielle représente assez exactement (à 1 gr. près p. 100 gr. de *chocolat* renferment 20 à 25 gr. de matières grasses) le total « graisses + insaponifiable » obtenu à la suite d'extraction à chaud, quels que soient l'appareil (SOXHLET ou KUMAGAWA) et le solvant (alcool ou benzine) employés.

Enfin les Indices d'Iode semblent indiquer quelques différences entre les acides gras extraits selon les diverses méthodes, — différences souvent négligeables et atteignant au maximum 4 unités. — Il n'est d'ail-

leurs pas possible d'en déduire une conclusion, car elles s'inversent selon l'échantillon de*chocolat :* avec le *chocolat* S., l'indice d'iode le plus élevé est obtenu à la suite des extractions benzéniques (33-34), dépassant de 3 à 4 unités celui obtenu à la suite des extractions alcooliques; avec le *chocolat* M, l'indice d'iode le plus élevé est obtenu au contraire à la suite des extractions alcooliques (41-42), dépassant de 2 à 4 unités celui obtenu à la suite des extractions benzéniques.

Les Points de fusion sont sensiblement identiques.

## B. — FARINE

Nous avons opéré également sur 2 échantillons de *farine de blé.* Pour leur dessiccation, nous avons pris les mêmes précautions que pour le *chocolat,* en employant la même technique et sur chacun d'eux, nous avons opéré 4 sortes d'extraction :

1° une extraction à l'éther éthylique à froid (méthode officielle);
2° une extraction à l'éther éthylique dans l'appareil Soxhlet;
3° une extraction à l'alcool dans l'appareil de Soxhlet;
4° une extraction à l'alcool dans l'appareil de Kumagawa.

Ces extractions ont été faites simultanément pour nous placer le plus possible dans des conditions comparables.

## TECHNIQUE DE LA METHODE OFFICIELLE

« On emploie un tube de verre de 27 cm. de long et de 19 millimètres environ de diamètre extérieur. L'une des extrémités du tube est effilée de façon à ne plus mesurer à la partie extrême que 6 millimètres de diamètre. On descend dans la pointe effilée une petite boule de coton hydrophile qui est légèrement comprimée à l'aide d'une baguette de verre, et l'on introduit 5 grammes de *farine*, qu'on tasse avec précaution en maintenant le tube verticalement et en le laissant tomber de son propre poids, et à plusieurs reprises, d'une hauteur de 1 à 2 centimètres.

« On place le tube sur un support. Sous la partie effilée, on met un cristallisoir taré et, par la partie supérieure du tube, on verse de l'éther à 66 degrés de façon à le remplir complètement.

« On laisse la *farine* s'imbiber, et dès que les premières gouttes de liquide tombent dans le vase, on bouche le tube et règle le débit du liquide pour obtenir 1 goutte toutes les 10 secondes environ.

« Quand tout l'éther a passé sur la *farine*, celle-ci est épuisée. On lave avec de l'éther la partie effilée du tube qui retient toujours un peu de matière grasse On évapore le contenu du cristallisoir à l'air libre, puis une heure à l'étuve à 100°. On pèse. — Du poids obtenu, on déduit la quantité de matières grasses contenue dans 100 gr. de farine en essai. »

Pour les extractions dans les appareils de Soxhlet ou de Kumagawa, nous avons opéré, comme pour la méthode officielle, sur 5 grammes de *farine* sembla-

blement desséchée. Nous avons fait 2 séries d'extraction avec durée d'épuisement de 8 heures pour chaque série. La méthode officielle indiquant la dessiccation à 100° de l'extrait, nous avons, dans une première série d'essais et pour nous mettre dans les mêmes conditions opératoires, desséché à 100° également les divers extraits obtenus dans le KUMAGAWA et le SOXHLET. Mais dans une deuxième série d'essais, pour demeurer fidèle aux recommandations de la méthode de LEMELAND, les extraits, y compris celui obtenu par la méthode officielle, n'ont jamais été soumis à une température supérieure à 45°-50°, le vide ayant été utilisé pour mener à bonne fin, dans ces conditions, la distillation et la dessiccation.

Nos résultats sont rassemblés dans le Tableau VIII.

Ayant obtenu une très faible quantité d'acides gras, nous n'avons pu déterminer leurs Points de fusion et Indices d'iode. Du reste, nous n'avons noté aucune différence d'aspect extérieur entre les acides gras résultant des divers modes d'extraction.

## TABLEAU VIII

Poids d'extraits totaux, d'acides gras et d'insaponifiable retirés de la FARINE, par l'alcool dans les appareils de *Kumagawa* et de *Soxhlet*, par l'éther éthylique dans l'appareil de *Soxhlet* et dans la méthode officielle.

| Echantillons | Température de dessiccation de l'extrait | Extraction par : | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Alcool **Kumagawa** | | | Alcool **Soxhlet** | | | **Ether ethylique** (à chaud) **Soxhlet** | | | **Ether éthylique** (à froid) Méthode officielle | | |
| | | Extrait | Acides gras | Insaponifiable | Extrait | Acides gras | Insaponifiable | Extrait | Acides gras | Insaponifiable | Extrait | Acides gras | Insaponifiable |
| I | 100° | 3,38 | 0,72 | 0,20 | 2,73 | 0,69 | 0,22 | 1,068 | 0,359 | 0,22 | 0,827 | 0,28 | 0,10 |
| | 50° | 3,27 | 0,73 | 0,27 | 2,73 | 0,70 | » | (1) | | | (1) | | |
| | | 3,52 | 0,73 | 0,30 | 3,04 | 0,72 | » | | | | | | |
| II | 100° | 4,768 | 1,123 | 0,261 | 3,812 | 1,060 | 0,272 | 1,279 | 0,747 | 0,267 | 1,136 | 0,612 | 0,131 |
| | 50° | 4,772 | 1,132 | 0,276 | 4,599 | 1,099 | 0,284 | 1,855 | 0,799 | 0,269 | 1,346 | 0,691 | 0,168 |

Les poids d'extraits, d'acides gras et d'insaponifiable sont exprimés en grammes et pour 100 gram- de farine.

(1) Les extractions par l'éther ne purent être faites, car, à la suite des extractions alcooliques plusieurs fois répétées, il ne nous restait plus suffisamment de farine.

De l'examen du Tableau VIII, il ressort d'abord que l'épuisement par l'alcool donne un poids d'*extrait total* plus fort que celui donné par l'épuisement à l'éther, ce qui ne saurait surprendre, et d'autant plus fort que la température d'extraction est plus élevée : c'est dire que le poids d'extrait total obtenu par l'alcool dans l'appareil de KUMAGAWA est plus grand que celui obtenu par ce solvant dans l'appareil de SOXHLET; d'ailleurs le poids d'extrait total obtenu par l'éther au SOXHLET est plus grand également que celui obtenu par le même solvant à froid (méthode officielle), l'écart dans ce dernier cas pouvant atteindre 37 p. 100.

On voit aussi que l'éther est loin d'enlever uniquement les lipides et que l'écart entre l'extrait éthéré brut de la méthode officielle et la somme « graisses (= ac. gras × 1,046) + insaponifiable » que cet extrait renferme est de l'ordre de 26 à 52 p. 100.

Si l'on considère la quantité d'*Acides gras* obtenus par les divers modes d'extraction, il apparaît ici encore que l'extraction alcoolique est supérieure, et de beaucoup, à l'extraction éthérée, même dans l'appareil SOXHLET, ainsi que le met en évidence le Tableau IX.

## TABLEAU IX

Proportion d'*acides gras* non extraits par l'alcool au *Soxhlet*, par l'éther au *Soxhlet* et par l'éther à froid (méthode officielle) comparativement au poids d'acides gras extraits par l'alcool au *Kumagawa*.

| Echantillons | Température de dessiccation de l'extrait | Extraction par : | | |
|---|---|---|---|---|
| | | Alcool au Soxhlet | Ether au Soxhlet | Ether à froid (méthode officielle) |
| I | 100° | 4,16 % | 50,13 % | 61,11 % |
| | 50° | 2,73 % | | |
| II | 100° | 5,60 % | 33,48 % | 45,50 % |
| | 50° | 2,91 % | 29,41 % | 38,46 % |

La proportion d'acides gras non extraits par l'alcool au Soxlhet n'atteint pas 3 p. 100 lorsque la température de dessiccation de l'extrait ne dépasse pas 50°; elle est de 45 à 61 p. 100 dans l'extraction par l'éther à froid (méthode officielle), et de 30 à 50 p. 100 dans l'extraction par ce même solvant au Soxlhet.

Si l'on considère l'*Insaponifiable,* le taux le plus élevé est obtenu également par l'extraction alcoolique, non dans l'appareil de Kumagawa toutefois, semble-t-il, (c'est-à-dire à la température de 78°-79°), mais dans l'appareil de Soxhlet (c'est-à-dire à la température de 58°). Le Tableau X indique les proportions d'Insaponifiable non extrait dans les autres méthodes d'extraction, comparativement au poids ainsi obtenu dans l'extraction alcoolique au Soxhlet.

## TABLEAU X

Proportion d'*Insaponifiable* non extrait par l'alcool au *Kumagawa*, par l'éther au *Soxhlet* et par l'éther à froid (méthode officielle), comparativement au poids d'insaponifiable extrait par l'alcool au *Soxhlet*.

| Echantillons | Température de dessiccation | Extraction par : | | |
|---|---|---|---|---|
| | | Alcool au Kumagawa | Ether au Soxhlet | Ether à froid (méthode officielle) |
| I | 100° | 9,09 % | 0,00 % | 45,45 % |
| II | 100° | 4,04 % | 1,83 % | 62,13 % |
| | 50° | 2,81 % | 5,29 % | 40,84 % |

On voit que ces proportions atteignent, ici encore, 45 à 62 p. 100 avec la méthode officielle; elles sont de 3 à 9 p. 100 dans l'extraction par l'alcool au KUMAGAWA : ce sont sensiblement celles constatées aussi dans l'extraction par l'éther au SOXHLET.

A noter que dans les essais où la dessiccation de l'extrait fut faite à 100°, les proportions d'acides gras et d'insaponifiable sont toujours plus faibles que lorsque la dessiccation ne dépasse pas 50°, toutes choégales d'ailleurs : avec les farines analysées, la perte pour les acides gras a atteint 12 p. 100, et pour l'insaponifiable 30 p. 100.

Si maintenant, — et c'est surtout ce qui nous intéresse —, on veut comparer la valeur de la méthode officielle (dans laquelle l'extrait brut, obtenu par l'éther à froid, est considéré comme représentant les matières grasses) avec la méthode de saponification (technique de LEMELAND) après extraction alcoolique au KUMAGAWA et au SOXLHET, il faut, comme on l'a vu antérieurement, transformer les acides gras ainsi obtenus en graisses neutres en les multipliant par le coefficient 1,046, puis ajouter au produit le chiffre de l'insaponifiable.

Les résultats se trouvent réunis dans le Tablelau XI.

## TABLEAU XI

Valeur de la méthode officielle (épuisement par l'éther à froid), comparativement à la méthode de dosage des acides gras et de l'insaponifiable (technique Lemeland), après extraction alcoolique au *Kumagawa* et au *Soxhlet*.

| Extrait éthéré total — (Méthode officielle) | Graisses et Insaponifiable dosés après extraction alcoolique | | | | | | Erreur commise en considérant l'extrait éthéré comme la somme Graisses + Insaponifiable obtenue après extraction alcoolique | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | au **Kumagawa** | | | au **Soxhlet** | | | | |
| | Graisses (Acides gras × 1,046) | Insaponifiable | Somme graisses + insapo. | Graisses (Acides gras × 1,046) | Insaponifiable | Somme graisses + insapo. | au **Kumagawa** | au **Soxhlet** |
| I<br>0 gr. 827 | 0,763 | 0,285 | 1,048 | | | | — 26,7 % | |
| II<br>1 gr. 136 | 1,184 | 0,276 | 1,460 | 1,149 | 0,284 | 1,433 | — 28,5 % | — 26,1 % |

Ces résultats montrent qu'il y a loin d'avoir compensation d'erreurs, malgré le taux élevé de substances non grasses que peut renfermer l'extrait brut : le poids de celui-ci demeure en effet de 26,7 à 28,5 p. 100 plus faible que celui des seules matières grasses extraites par l'alcool, quel que soit d'ailleurs l'appareil employé pour l'extraction alcoolique, car l'appareil de Soxlhet donne, à 2 p. 100 près, la même proportion que l'appareil de Kumagawa.

## C. — LAIT

La méthode officielle de dosage des matières grasses du *lait* consiste en une extraction par l'éther éthylique agissant sur le coagulum « matières grasses-caséine » obtenu par précipitation au moyen de l'alcool acétique. L'épuisement se fait soit à chaud dans l'appareil Soxhlet, soit à froid par centrifugation. On pèse l'extrait éthéré après départ du solvant par distillation, puis dessiccation à 100° : il représente les matières grasses du *lait*.

Nous avons, comme dans les recherches précédentes, comparé les résultats de la méthode officielle avec ceux que donne la méthode de saponification, après extraction alcoolique faite soit dans l'appareil de Kumagawa, soit dans l'appareil de Soxhlet.

Cette étude du dosage ds matières grasses du *lait* se montre particulièrement laborieuse et délicate. Nous avons fait de très nombreux essais, mais par suite des difficultés rencontrées, notamment dans les

conditions de dessiccation, — conditions insuffisamment fixées d'ailleurs dans la méthode officielle et qui pourtant ont une grande importance à cause des acides gras volatils que le lait renferme, — nous n'avons pas obtenu des résultats satisfaisants qui permettent de déduire des conclusions définitives à l'abri de critiques.

L'étude, reprise sur d'autres bases, est poursuivie : elle fera l'objet d'un mémoire ultérieur.

## CONCLUSIONS GENERALES

I. — Dans les graines de *Marronnier,* de *Fenugrec,* de *Lin* et de *Ricin,* prises comme matériaux d'étude, les essais de dosage des matières grasses, fait par saponification (technique LEMELAND) après extraction soit au moyen de l'alcool dans l'appareil de KUMAGAWA, soit au moyen de l'éther de pétrole dans l'appareil de SOXHLET, soit au moyen de l'alcool dans ce même appareil SOXHLET, toutes choses égales d'ailleurs, nous ont montré que :

l'extraction par l'alcool enlève mieux les acides gras et l'insaponifiable que ne le fait l'éther de pétrole, et cela non seulement dans l'appareil de KUMAGAWA (température d'extraction : 78°), confirmant ainsi les recherches antérieurement faites, mais *même dans l'appareil de* SOXHLET (température d'extraction : 58°), ce qui n'avait pas été recherché jusqu'ici;

les proportions d'*acides gras* non extraits par l'appareil de SOXHLET comparativement aux valeurs obtenues avec l'appareil de KUMAGAWA, peuvent être très faibles (2.4 % avec le *Lin*) et n'atteignent dans aucun cas 8 %, tandis que les proportions non extraites par l'éther de pétrole, toujours supérieures, atteignent jusqu'à 42 % (*Fenugrec*);

l'alcool dans le SOXHLET paraît enlever sensiblement le même taux d'*Insaponifiable* que dans l'appareil de KUMAGAWA (avec le *Lin,* l'avantage reste même à l'extraction alcoolique dans le SOXHLET), — tandis que

les proportions d'insaponifiable non extrait par l'éther de pétrole peuvent atteindre 47 % (*Fenugrec*).

Les « totum d'acides gras » obtenus par les divers procédés d'extraction peuvent varier non pas seulement au point de vue quantitatif mais au point de vue qualitatif : ainsi l'indice d'iode des acides gras provenant de l'extrait éthéré se montre toujours inférieur à celui des acides gras correspondants provenant de l'extraction alcoolique; l'écart atteint même 30 unités avec le *Fenugrec*.

Les points de fusion sont sensiblement les mêmes quelles qu'aient été les modes d'extraction, sauf toutefois encore pour le *Fenugrec* dont les acides gras extraits au moyen de l'éther de pétrole ont un point de fusion de 7° plus élevé que celui des acides gras obtenus par l'extraction alcoolique.

II. — Ces divers modes d'extraction des matières grasses à l'aide des appareils de Kumagawa et de Soxhlet appliqués à certains produits alimentaires comparativement avec les méthodes de dosage officielles permettent des conclusions également intéressantes : ainsi pour le *Chocolat,* la méthode officielle de dosage des matières grasses consiste en une extraction par trituration avec la benzine à froid, et, après filtration, pesée de l'extrait benzénique ainsi obtenu lorsque toute odeur de benzine a disparu.

Or si dans l'extrait ainsi obtenu on dose les acides gras et l'insaponifiable selon la technique de Lemeland et qu'on effectue semblablement ces dosages dans l'extrait benzénique au Soxhlet, l'extrait alcoo-

lique au SOXLHET, l'extrait alcoolique au KUMAGAWA, toutes choses égales d'ailleurs, on constate que le poids des *acides gras* est sensiblement le même, l'écart maximum étant de 3,20 % ; toutefois, dans tous les cas, le poids minimum est donné par la méthode officielle. Les résultats obtenus dans l'extraction alcoolique au SOXHLET se placent entre ceux de la méthode officielle et ceux de l'extraction alcoolique au KUMAGAWA.

Quant à l'*insaponifiable,* c'est également la méthode d'extraction officielle qui donne le poids le plus faible, le poids le plus élevé étant obtenu par l'extraction benzénique au SOXHLET: entre ces deux poids, l'écart moyen s'est montré de l'ordre de 50 %. D'autre part l'extraction alcoolique au SOXHLET laisse, par rapport à l'extraction au KUMAGAWA une proportion d'insaponifiable de l'ordre de 5 à 8 %.

Les indices d'iode semblent indiquer quelques différences entre les acides gras extraits selon les diverses méthodes, différences souvent négligeables et atteignant au maximum 4 unités. Les points de fusion sont sensiblement identiques.

Dans la *Farine,* le dosage des matières grasses selon la méthode officielle consiste en une lixiviation à froid par l'éther éthylique, et on pèse l'extrait éthéré ainsi obtenu après dessiccation à l'étuve à 100° pendant 1 heure. Si, dans cet extrait, on dose les acides gras et l'insaponifiable et qu'on effectue ces mêmes dosages dans l'extrait éthéré au SOXHLET, l'extrait alcoolique au SOXHLET, et l'extrait alcoolique au KUMAGAWA, on constate que l'extraction par l'alcool est de beaucoup supérieure à l'extraction par l'éther.

Pour les *acides gras* (dont l'extraction alcoolique au KUMAGAWA donne le poids le plusc élevé) la proportion non extraite par la méthode officielle est de 45 à 62 %; par l'éther au SOXHLET, 34 à 50 %; par l'alcool au SOXHLET, elle n'atteint pas 3 %. La proportion d'*insaponifiable* non extrait par la méthode officielle est également de 45 à 62 %; c'est l'extraction alcoolique au SOXHLET qui fournit le taux le plus élevé d'insaponifiable, dépassant de 3 à 9 % celui obtenu dans l'extraction alcoolique au KUMAGAWA et l'extraction éthérée au SOXHLET.

Au total on peut dire que l'extraction alcoolique au SOXHLET donne des résultats très voisins de ceux fournis par l'extraction alcoolique au KUMAGAWA : dans nos essais, l'écart moyen est de l'ordre de 4 p. 100.

III. — Si, dans les graines étudiées, on compare les poids d'*extrait brut* obtenu dans l'extraction au SOXHLET par l'éther de pétrole, — et qui sont communément considérés comme représentant les matières grasses contenues dans les substances traitées, - avec les sommes « graisses + insaponifiable » correspondantes dosées par la méthode de KUMAGAWA-LEMELAND après extraction alcoolique, on constate que ceux-là se rapprochent de celles-ci par une compensation d'erreurs, l'éther de pétrole dissolvant d'autres corps que des *graisses* : mais si cet apport d'impuretés peut, avec certaines substances, en particulier avec celles riches en graisses, rendre le poids de l'extrait brut voisin de celui des seuls lipides dosés après l'extraction alcoolique, — l'erreur pouvant être

seulement de l'ordre de 3 à 4 % tantôt en moins (*Lin*) tantôt en plus (*Ricin*), — par contre avec d'autres substances, l'écart en moins peut parfois demeurer considérable encore, tel est le cas avec le *Fenugrec* où l'écart en moins atteint 40 %.

Avec les *Chocolats* qui ont servi à nos recherches, l'extrait brut obtenu par la méthode officielle représente assez exactement (à 1 gr. près pour 100 gr. de chocolat renfermant 20 à 25 gr. de matières grasses) le total « graisses + insaponifiable » obtenu à la suite d'extraction à chaud, quels que soient l'appareil (Soxhlet ou Kumagawa) et le solvant (alcool ou benzine) employés.

Avec la *Farine* (qui ne renferme que 1 gr. à 1 gr. 50 de matières grasses p. 100) il y a loin d'avoir compensation d'erreurs, malgré le taux élevé de substances non grasses que peut renfermer l'extrait brut : le poids de celui-ci demeure de 28 % plus faible que celui des seules matières grasses extraites par l'alcool. Cela est en accord avec les constatations précédentes, — et ce seul exemple montre la nécessité qu'il y aurait à modifier certaines techniques officielles à cause des résultats erronés qu'elles fournissent.

Vu et bon à imprimer,
Strasbourg, le 6 juillet 1931,

Le Président du Jury,
J. E. Labstein.

Vu et approuvé :
Strasbourg, le 27 juillet 1931,

Le Doyen de la Faculté de Pharmacie,
F. Jadin.

Vu et permis d'imprimer :
Strasbourg, le 29 juillet 1931,

Le Recteur d'Académie,
Président du Conseil de l'Université,
Ch. Pfister.

# INDEX BIBLIOGRAPHIQUE


1. Inaba. — *Bioch. Zeitschrifft.* 1908. VII, p. 348.
2. Terroine (et ses élèves). — *Annales de la Science Agronomique française et étrangère.* Juillet-août 1926.
3. Lobstein. — *Recherches biochimiques sur le Bacille tuberculeux.* (Thèse doct. ès-sciences. Strasbourg, 1922).
4. Kovelmann. — *Recherches toxicologiques et chimiques sur le « Cnestis Polyphylla ».* (Thèse doct. pharm. Strasbourg, 1929).
5. Coisnard. — *Recherches chimiques sur les fruits de l'« Uvaria Catocarpa ».* (Thèse doct. pharm. Strasbourg, 1929).
6. Moussli. — *Etude chimique du « Drosera Rotundifolia ».* (Thèse doct. pharm. Strasbourg, 1930).
7. Hesse. — *Etude botanique, chimique et pharmacodynamique du « Toddalia Aculeata ».* (Thèse doct. pharm. Strasbourg, 1930).
8. Kumagawa et Suto. — *Bioch. Zeitschrifft.* 1908, VIII, p. 212.
9. Lemeland. — *Bulletin Soc. Chimie Biologique,* 1921, III, 134, et 1922, IV, p. 301.
10. Huitric. — *Contribution à l'étude du Marron d'Inde* (Bull. Soc. Pharm. Bordeaux. 1926, p. 184).

11. Rosenthaler. — *Der Nachweis organischer Verbindungen. Ausgewälte Reactionen und Verfahren.* 1923, p. 808. (F. Enke, éditeur, Stuttgart).

12. Villiers, Collin et Fayolle. — *Traité des Falsifications et Altérations des substances alimentaires.* 2e édition. (Doin, éditeur, Paris, 1911).

13. Kling. — *Méthodes actuelles d'expertises chimiques.* (Dunod, éditeur, Paris, 1921-1925).

# TABLE DES MATIÈRES

pages

AVANT-PROPOS ..... 9

INTRODUCTION ..... 11

PREMIERE PARTIE

*Valeur comparée des diverses méthodes d'extraction des matières grasses*

A. Choix des matériaux ..... 15
B. Extrait total ..... 17
C. Acides et Insaponifiable ..... 21
D. Indices d'iode et Points de fusion ..... 31

DEUXIEME PARTIE

*Essais sur des produits alimentaires et comparaison de méthodes étudiées avec les méthodes officielles appliquées à ces produits*

A. Chocolat ..... 37
B. Farine ..... 44
C. Lait ..... 44

CONCLUSIONS GÉNÉRALES ..... 56

INDEX BIBLIOGRAPHIQUE ..... 62

IMPRIMERIE LOUIS JEAN, GAP. - PÉRIODIQUES ET PUBLICATIONS LITTÉRAIRES ET SCIENTIFIQUES